

DOCKET NO.: 259939US0PCT

**IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE**

IN RE APPLICATION OF: Alfred RULAND, et al.

SERIAL NO.: NEW U.S. PCT APPLICATION

FILED: HERewith

INTERNATIONAL APPLICATION NO.: PCT/EP03/04334

INTERNATIONAL FILING DATE: April 25, 2003

FOR: C10-ALKANOL ALKOXYLATES AND THEIR USE

**REQUEST FOR PRIORITY UNDER 35 U.S.C. 119**  
**AND THE INTERNATIONAL CONVENTION**

Commissioner for Patents  
Alexandria, Virginia 22313

Sir:

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicant claims as priority:

<b><u>COUNTRY</u></b>	<b><u>APPLICATION NO</u></b>	<b><u>DAY/MONTH/YEAR</u></b>
Germany	102 18 754.1	26 April 2002
Germany	102 43 360.7	18 September 2002

Certified copies of the corresponding Convention application(s) were submitted to the International Bureau in PCT Application No. PCT/EP03/04334. Receipt of the certified copy(s) by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304.

Respectfully submitted,  
OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,  
MAIER & NEUSTADT, P.C.



Norman F. Oblon  
Attorney of Record  
Registration No. 24,618  
Surinder Sachar  
Registration No. 34,423

Customer Number

**22850**

(703) 413-3000  
Fax No. (703) 413-2220  
(OSMMN 08/03)



REC'D 01 AUG 2003

WIPO PCT

**Prioritätsbescheinigung über die Einreichung  
einer Patentanmeldung**

**Aktenzeichen:** 102 18 754.1

**Anmeldetag:** 26. April 2002

**Anmelder/Inhaber:** BASF AG, Ludwigshafen/DE

**Bezeichnung:** C<sub>10</sub>-Alkanolalkoxylate und ihre Verwendung

**IPC:** C 07 C, B 08 B, D 06 M

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 12. Juni 2003  
Deutsches Patent- und Markenamt  
Der Präsident  
Im Auftrag

BEST AVAILABLE COPY

CERTIFIED COPY OF  
PRIORITY DOCUMENT

**PRIORITY  
DOCUMENT**

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

5

---

**C<sub>10</sub>-Alkanolalkoxylate und ihre Verwendung**

---

Die vorliegende Erfindung betrifft die Verwendung von C<sub>10</sub>-Alkanolalkoxylaten, derartige C<sub>10</sub>-Alkanolalkoxylate und Verfahren zu ihrer Herstellung.

Alkoxylate von aliphatischen Alkoholen werden in großem Umfang als Tenside und Emulgatoren eingesetzt. Die Benetzungs- und Emulgatoreigenschaften hängen dabei stark von der Art des Alkohols und der Art und Menge der Alkoxid-Addukte ab.

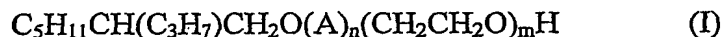
- 15 WO 94/11331 betrifft die Verwendung von Alkoxylaten von 2-Propylheptanol in Detergenzzusammensetzungen zur Entfettung harter Oberflächen. Die Alkoxylate weisen 2 bis 16 Alkylenoxid-Gruppen auf. Vorzugsweise liegt der überwiegende Teil der Alkylenoxid-Gruppen in Form von Ethylenoxid vor. Gemäß der Beispiele werden ausschließlich ethoxylierte Alkohole eingesetzt. Es ist ferner beschrieben, dass die Alkohole zunächst mit
- 20 Ethylenoxid und sodann mit Propylenoxid umgesetzt werden können. Für derartige Alkoxylate sind jedoch keine Beispiele oder Eigenschaften angegeben. Es wird ausgeführt, dass die beschriebenen Alkoxylate eine gute Detergenz- und Benetzungswirkung zeigen, verbunden mit einem geringen Schäumen. Zudem wird angegeben, dass die Alkoxylate einen erwünschten Verdickungseffekt in Formulierungen haben.

25

- WO 94/11330 betrifft Alkoxylate von 2-Propylheptanol und deren Verwendung. In den Alkoxylaten liegt 2-Propylheptanol, zunächst mit 1 bis 6 mol Propylenoxid und sodann mit 1 bis 10 mol Ethylenoxid umgesetzt, vor. Gemäß den Beispielen wird ein zunächst mit 4 mol Propylenoxid und sodann mit 6 mol Ethylenoxid umgesetztes 2-Propylheptanol einge-
- 30 setzt. Es wird angegeben, dass die Alkylenoxidaddukte ein verbessertes Verhältnis von Schaumverhalten zu Detergenzwirkung zeigen. Ferner ist angegeben, dass die Alkoxylate ein gutes Benetzungsverhalten zeigen. Sie werden in Detergenzzusammensetzungen zur Reinigung von Textilmaterialien eingesetzt.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist die Bereitstellung von Alkanolalkoxylaten, die als Emulgator, Schaumregulierer und als Netzmittel für harte Oberflächen geeignet sind. Die Alkoxylate sollen insbesondere ein gutes Emulgierverhalten und einen geringen Kontaktwinkel auf harten Oberflächen bei der Anwendung zeigen. Ferner sollen sie die Grenzflächenspannung in flüssigen Systemen vermindern. Die Alkoxylate sollen allgemein ein vorteilhaftes Eigenschaftsspektrum bei der Verwendung als Emulgator, Schaumregulierer oder als Netzmittel zeigen. Des weiteren sollen die Produkte ein günstiges ökologisches Profil aufweisen, d.h. nicht aquatoxisch sein: Werte EC 50 für Alge, Daphnie oder Fisch grösser 10 mg/l; sowie leicht abbaubar nach OECD 301 A - F sein. Dazu soll der Restalkoholgehalt gegenüber den Ethoxilaten reduziert sein. Damit soll der für eine Vielzahl von Anwendungen als störend empfundene Geruch verursacht durch den Restalkoholgehalt vermieden werden.

Die Aufgabe wird erfindungsgemäß gelöst durch die Verwendung von Alkoxylaten der allgemeinen Formel (I)



mit der Bedeutung

- A Butenoxy, Pentenoxy oder vorzugsweise Propylenoxy,  
n Zahl im Bereich von 1 bis 8,  
m Zahl im Bereich von 2 bis 20,

als Emulgator, Schaumregulierer und als Netzmittel für harte Oberflächen. Es wurde erfindungsgemäß gefunden, dass die vorstehenden Alkoxylate der allgemeinen Formel (I) hervorragende Emulgatoreigenschaften zeigen und als nicht oder wenig schäumende Netzmittel für harte Oberflächen eingesetzt werden können. Die Alkoxylate zeigen geringe Kontaktwinkel bei der Benetzung harter Oberflächen und erlauben die Einstellung geringer Grenzflächenspannungen in flüssigen Systemen.

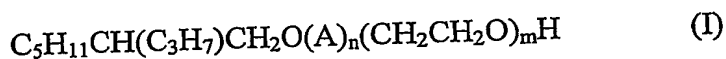
Damit sind die Alkoxylate der allgemeinen Formel (I) besonders vorteilhaft einsetzbar in Tensidformulierungen zur Reinigung harter Oberflächen, in Feuchthaltemitteln, kosmetischen, pharmazeutischen und Pflanzenschutzformulierungen, Lacken, Beschichtungsmitteln, Klebstoffen, Lederfettungsmitteln, Formulierungen für die Metallverarbeitung, Lebensmittelindustrie, Wasserbehandlung, Papierindustrie, Fermentation, Mineralverarbei-

tung und in Emulsionspolymerisationen. Auf die einzelnen Anwendungsgebiete wird nachfolgend noch näher eingegangen.

5 In der allgemeinen Formel (I) bedeutet n vorzugsweise eine Zahl im Bereich von 1 bis 6, besonders bevorzugt von 1 bis 4, insbesondere von 1,3 bis 2,3. Gemäß einer speziell bevorzugten Ausführungsform ist n eine Zahl im Bereich von 1,2 bis 1,8, besonders bevorzugt 1,3 bis 1,7, insbesondere 1,4 bis 1,6, speziell etwa 1,5. m ist vorzugsweise eine Zahl im Bereich von 3 bis 14, besonders bevorzugt 3 bis 10.

10 In den erfindungsgemäßen Alkoxylaten liegen an den Alkoholrest anschließend zunächst Propylenoxy-Einheiten und daran anschließend Ethylenoxy-Einheiten vor. Haben n und m einen Wert von mehr als 1, so liegen die entsprechenden Alkoxyreste in Blockform vor. n und m bezeichnen dabei einen mittleren Wert, der sich als Durchschnitt für die Alkoxylate ergibt. Daher können n und m auch von ganzzahligen Werten abweichen. Bei der Alkoxy-  
15 lierung von Alkanolen wird im Allgemeinen eine Verteilung des Alkoxylierungsgrades erhalten, die in gewissem Umfang durch Einsatz unterschiedlicher Alkoxylierungskatalysatoren eingestellt werden kann. In den erfindungsgemäß verwendeten Alkoxylaten wurde das Alkanol zunächst mit Propylenoxid und sodann mit Ethylenoxid umgesetzt.

20 Die Erfindung betrifft auch Alkoxylate der allgemeinen Formel (I)



mit der Bedeutung

- A Butenoxy, Pentenoxy oder vorzugsweise Propylenoxy,  
n Zahl im Bereich von 1,2 bis 1,8, wenn A Butenoxy bedeutet, von 1 bis 1,8, vorzugsweise 1,2 bis 1,8,  
m Zahl im Bereich von 3 bis 14.

30 Dabei ist n vorzugsweise eine Zahl im Bereich von 1,3 bis 1,7, insbesondere von 1,4 bis 1,6. Speziell bevorzugt hat n einen Wert von etwa 1,5. m ist vorzugsweise eine Zahl im Bereich von 3 bis 12, besonders bevorzugt von 3 bis 10, speziell 5 bis 10.

35 In der allgemeinen Formel (I) kann der Rest  $\text{C}_5\text{H}_{11}$  die Bedeutung  $n\text{-C}_5\text{H}_{11}$ ,  $\text{C}_2\text{H}_5\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2$  oder  $\text{CH}_3\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2\text{CH}_2$  haben. Es können auch Gemische von

zweien oder mehreren dieser Verbindungen vorliegen. Beispielsweise kann sich bei den Alkoxylaten um Gemische handeln, wobei

70 bis 99 Gew.-%, vorzugsweise 85 bis 96 Gew.-% Alkoxylate A1 vorliegen, in denen  
5  $C_5H_{11}$  die Bedeutung  $n-C_5H_{11}$  hat, und

1 bis 30 Gew.-%, vorzugsweise 4 bis 15 Gew.-% Alkoxylate A2, in denen  $C_5H_{11}$  die Bedeutung  $C_2H_5CH(CH_3)CH_2$  und/oder  $CH_3CH(CH_3)CH_2CH_2$  hat.

10 Die allgemeine Formel (I) umfasst damit auch derartige Gemische. In der allgemeinen Formel (I) hat der Rest  $C_3H_7$  vorzugsweise die Bedeutung  $n-C_3H_7$ .

Das in den Alkoxylaten vorliegende Propylheptanol kann ausgehend von Valeraldehyd durch Aldolkondensation und nachfolgende Hydrierung erhalten werden. Die Herstellung  
15 von Valeraldehyd und den entsprechenden Isomeren erfolgt durch Hydroformylierung von Buten, wie beispielsweise in US 4,287,370; Beilstein E IV 1, 32 68, Ullmanns Encyclopedia of Industrial Chemistry, 5. Auflage, Band A1, Seiten 323 und 328 f beschrieben. Die nachfolgende Aldolkondensation ist beispielsweise beschrieben in US 5,434,313 und Römpp, Chemie Lexikon, 9. Auflage, Stichwort "Aldol-Addition" Seite 91. Die Hydrie-  
20 rung des Aldolkondensationsproduktes folgt allgemeinen Hydrierbedingungen.

Des weiteren kann 2-Propylheptanol durch Kondensation von 1-Pentanol (als Mischung der entsprechenden Methylbutanole-1) in Gegenwart von KOH bei erhöhten Temperaturen hergestellt werden, siehe z.B. Marcel Guerbet, C.R. Acad Sci Paris 128, 511, 1002 (1899). Des weiteren ist auf Römpp, Chemie Lexikon, 9. Auflage, Georg Thieme Verlag Stuttgart, und die dort genannten Zitate sowie Tetrahedron, Vol. 23, Seiten 1723 bis 1733, hinzuweisen.

Die Alkoxylaten der allgemeinen Formel (I) können erfindungsgemäß erhalten werden  
30 durch Umsetzung von Alkoholen der allgemeinen Formel  $C_5H_{11}CH(C_3H_7)CH_2OH$  zuerst mit Propylenoxid und sodann mit Ethylenoxid unter Alkoxylierungsbedingungen. Geeignete Alkoxylierungsbedingungen sind beispielsweise in Nikolaus Schönfeldt, Grenzflächenaktive Äthylenoxid-Addukte, Wissenschaftliche Verlagsgesellschaft mbH Stuttgart, 1984 beschrieben. Die Alkoxylierung kann beispielsweise unter Verwendung von alkali-  
35 schen Katalysatoren wie Alkalihydroxiden, Alkalialkoholaten durchgeführt werden. Durch den Einsatz dieser Katalysatoren resultieren spezielle Eigenschaften, insbesondere der Verteilung des Alkoxylierungsgrades.

Die Alkoxylierung kann zudem unter Verwendung von Lewis-saurer Katalyse mit den daraus resultierenden speziellen Eigenschaften durchgeführt werden, insbesondere in Gegenwart von  $\text{BF}_3 \times \text{H}_3\text{PO}_4$ ,  $\text{BF}_3$  Dietherat,  $\text{SbCl}_5$ ,  $\text{SnCl}_4 \times 2 \text{H}_2\text{O}$ , DMC, Hydrotalcit.

5 Dabei kann der überschüssige Alkohol abdestilliert werden, oder das Alkoxyolat kann durch einen Zwei-Stufen-Prozess gewonnen werden. Auch die Herstellung gemischter Alkoxyolate aus beispielsweise EO und PO ist möglich, wobei sich an den Alkanolrest zunächst ein Polyethylenoxid-Block und dann ein Ethylenoxid-Block anschließen können, oder zu-  
10 nächst ein Ethylenoxid-Block und sodann ein Propylenoxid-Block. Bevorzugte Umsetzungsbedingungen sind nachstehend angegeben.

Vorzugsweise wird die Alkoxylierung durch starke Basen katalysiert, die zweckmäßigerweise in Form eines Alkalihydroxids oder Erdalkalihydroxids, in der Regel in einer Menge  
15 von 0,1 bis 1 Gew.-% bezogen auf die Menge des Alkanols zugesetzt werden. (vergl. G.Gee et al., J. Chem. Soc. (1961), S. 1345; B. Wojtech, Makromol. Chem. 66, (1966), S. 180).

Auch eine saure Katalyse der Additionsreaktion ist möglich. Neben Bronstedsäuren eignen  
20 sich auf Lewissäuren wie z.B.  $\text{AlCl}_3$  oder  $\text{BF}_3$ . (Vergl. P.H. Plesch, The Chemistry of Cationic Polymerization, Pergamon Press, New York (1963)).

Die Additionsreaktion wird bei Temperaturen von etwa 90 bis etwa 240°C, vorzugsweise von 120 bis 180°C, im geschlossenen Gefäß ausgeführt. Das Alkylenoxid oder die Mischung verschiedener Alkylenoxide wird der Mischung aus erfindungsgemäßem Alkanol(gemisch) und Alkali unter dem bei der gewählten Reaktionstemperatur herrschenden Dampfdruck des Alkylenoxidgemisches zugeführt. Gewünschtenfalls kann das Alkylenoxid mit bis zu etwa 30 bis 60 % mit einem Inertgas verdünnt werden. Dadurch wird eine  
zusätzliche Sicherheit gegen explosionsartige Polyaddition des Alkylenoxids gegeben.

30 Wird ein Alkylenoxidgemisch eingesetzt, so werden Polyetherketten gebildet, in denen die verschiedenen Alkylenoxidbausteine praktisch statistisch verteilt sind. Variationen in der Verteilung der Bausteine längs der Polyetherkette ergeben sich aufgrund unterschiedlicher Reaktionsgeschwindigkeiten der Komponenten und können auch willkürlich durch kontinuierliche Zufuhr einer Alkylenoxidsmischung programmgesteuerter Zusammensetzung  
35 erreicht werden. Werden die verschiedenen Alkylenoxide nacheinander zur Reaktion ge-

bracht so erhält man Polyetherketten, mit blockartiger Verteilung der Alkylenoxid-Bausteine.

5 Die Länge der Polyetherketten schwankt innerhalb des Reaktionsprodukts statistisch um einen Mittelwert, der im wesentlichen dem sich aus der Zusatzmenge ergebenden stöchiometrischen Wert entspricht.

10 In der Regel wird die Alkoxylierung in Gegenwart basischer Katalysatoren wie KOH in Substanz durchgeführt. Die Alkoxylierung kann jedoch auch unter Mitverwendung eines Lösungsmittels durchgeführt werden. Zur Herstellung der erfindungsgemäßen Alkoxylate werden die Alkohole zunächst mit einer geeigneten Menge an Propylenoxid und sodann mit einer geeigneten Menge an Ethylenoxid umgesetzt. Dabei wird eine Polymerisation des Alkylenoxids in Gang gesetzt, bei der es zwangsläufig zu einer statistischen Verteilung von Homologen kommt, deren Mittelwert vorliegend mit n und m angegeben wird.

15 Durch die erfindungsgemäß zunächst durchgeführte Propoxylierung und erst nachfolgende Ethoxylierung kann der Gehalt an Restalkohol in den Alkoxyaten vermindert werden, da Propylenoxid gleichmäßiger an die Alkoholkomponente addiert wird. Im Unterschied dazu reagiert Ethylenoxid vorzugsweise mit Ethoxyaten, so dass bei einer anfänglichen Ver-  
20 wendung von Ethylenoxid zur Umsetzung mit den Alkanolen sowohl eine breite Homologverteilung als auch ein hoher Gehalt an Restalkohol resultieren. Die Vermeidung von größeren Mengen an im Produkt vorliegendem Restalkohol ist insbesondere aus Geruchsgründen vorteilhaft. Die erfindungsgemäß eingesetzten Alkohole haben in der Regel einen Eigengeruch, der durch die vollständige Alkoxylierung weitestgehend unterdrückt werden kann. Nach üblichen Verfahren erhaltene Alkoxyate weisen einen hohen Eigengeruch auf, der für viele Anwendungen störend ist.

30 Es ist erfindungsgemäß nicht notwendig und nicht erwünscht, dass ein großer Restgehalt an Alkohol in den erfindungsgemäßen Alkoxyaten vorliegt. Gemäß einer Ausführungsform der Erfindung sind die Alkoxyate und deren Gemische weitgehend frei von Alkoholen.

35 Die erfindungsgemäßen Alkoxyate zeigen eine verbesserte Netzung auf harten Oberflächen, insbesondere im Vergleich mit entsprechenden Alkoholen, die nur ethoxyliert wurden bzw. zunächst ethoxyliert und sodann propoxyliert wurden. Produkte, die zunächst ethoxyliert und sodann propoxyliert wurden, zeigen ein weitgehend gleiches Netzungsver-



halten wie Produkte, die nur ethoxyliert wurden, aber die vorteilhaften erfindungsgemäßen Netzungeigenschaften werden nicht erhalten.

Das vorteilhafte Netzungsverhalten der erfindungsgemäßen Verbindungen kann beispielsweise durch Messungen des Kontaktwinkels auf Glas, Polyethylenoxid oder Stahl ermittelt werden. Aus dem verbesserten Netzungsverhalten folgt eine bessere Performance bei insbesondere schnellen Reinigungsprozessen. Dies ist insofern überraschend, da durch die Kettenverlängerung des Ausgangsalkohols üblicherweise die dynamischen und netzenden Eigenschaften vermindert werden. Mit den erfindungsgemäßen Alkoxylaten kann damit die Benetzungsgeschwindigkeit von wässrigen Formulierungen erhöht werden. Die erfindungsgemäßen Alkoxylate können damit auch als Solobilisatoren eingesetzt werden, die insbesondere das Netzvermögen von Netzhilfsmitteln auch in verdünnten Systemen nicht negativ, sondern positiv beeinflussen. Sie können zur Erhöhung der Löslichkeit von Netzhilfsmitteln in wässrigen Formulierungen eingesetzt werden, die nicht-ionische Tenside enthalten. Sie dienen insbesondere zur Erhöhung der Benetzungsgeschwindigkeit in wässrigen Netzmitteln.

Ferner dienen die erfindungsgemäßen Alkoxylate zur Verminderung der Grenzflächenspannung, beispielsweise in wässrigen Tensidformulierungen. Die verminderte Grenzflächenspannung kann beispielsweise durch die Pendant-Drop-Methode bestimmt werden. Hieraus ergibt sich auch eine bessere Wirkung der erfindungsgemäßen Alkoxylate als Emulgator oder Co-Emulgator. Die erfindungsgemäßen Alkoxylate können auch zur Verminderung der Grenzflächenspannung bei kurzen Zeiten von üblicherweise unter einer Sekunde bzw. zur Beschleunigung der Einstellung der Grenzflächenspannung in wässrigen Tensidformulierungen eingesetzt werden.

Die vorliegende Erfindung betrifft auch Reinigungs-, Netz-, Beschichtungs-, Klebe-, Lederfettungs-, Feuchthalte- oder Textilbehandlungsmittel oder kosmetische, pharmazeutische oder Pflanzenschutzformulierungen, die mindestens ein wie vorstehend definiertes Alkoxylat der allgemeinen Formel (I) enthalten. Die Mittel enthalten dabei vorzugsweise 0,1 bis 20 Gew.-% der Alkoxylate. Nachstehend werden bevorzugte Einsatzgebiete der erfindungsgemäßen Alkoxylate näher beschrieben.

Die erfindungsgemäßen Alkoxylate werden vorzugsweise in den folgenden Bereichen eingesetzt:

- Tensidformulierungen zur Reinigung harter Oberflächen: Geeignete Tensidformulierungen, die mit den erfindungsgemäßen Alkoxyaten additiviert werden können, sind beispielsweise in Formulating Detergents and Personal Care Products von Louis Ho Tan Tai, AOCS Press, 2000; beschrieben. Sie enthalten beispielsweise als  
5 weitere Komponenten Seife, anionische Tenside wie LAS oder Paraffinsulfonate oder FAS oder FAES, Säure wie Phosphorsäure, Amidosulfonsäure, Zitronensäure, Milchsäure, Essigsäure, andere organische und anorganische Säuren, Lösungsmittel wie Ethylenglykol, Isopropanol, Komplexbildner wie EDTA, NTA, MGDA, Phosphonate, Polymere wie Polyacrylate, Copolymere Maleinsäure-Acrylsäure, Alkalispender wie Hydroxide, Silicate, Carbonate, Parfümöle, Oxidationsmittel wie Perborate, Persäuren oder Trichloroisocyanursäure, Na oder K-dichloroisocyanurate, Enzyme; siehe auch Milton J. Rosen, Manilal Dahanayake, Industrial Utilization of  
10 Surfactants, AOCS Press, 2000 und Nikolaus Schönfeldt, Grenzflächenaktive Ethylenoxidaddukte. Hier sind auch Formulierungen für die anderen genannten Anwendungen im Prinzip abgehandelt. Es kann sich um Haushaltsreiniger wie Allzweckreiniger, Geschirrspülmittel für manuelles wie automatisches Geschirrspülen, Metallentfettung, Industrielle Applikationen wie Reinigungsmittel für die Nahrungsmittelindustrie, Flaschenwäsche, etc. handeln. Es kann sich auch um Druckwalzen- und Druckplattenreinigungsmittel in der Druckindustrie handeln. Geeignete weitere Inhaltsstoffe sind dem Fachmann bekannt.  
15
- Feuchthaltemittel, insbesondere für die Druckindustrie.
- Kosmetische, pharmazeutische und Pflanzenschutzformulierungen. Geeignete Pflanzenschutzformulierungen sind beispielsweise in der EP-A-0 050 228 beschrieben. Es können für Pflanzenschutzmittel übliche weitere Inhaltsstoffe vorliegen.
- Lacke, Beschichtungsmittel, Farben, Pigmentpräparationen sowie Klebstoffe in der Lack- und Folienindustrie.  
30
- Lederfettungsmittel.
- Formulierungen für die Textilindustrie wie Egalisierungsmittel oder Formulierungen zur Garnreinigung.
- Faserverarbeitung und Hilfsmittel für die Papier- und Zellstoffindustrie.  
35

- Metallverarbeitung wie Metallveredelung und Galvanobereich.
- Lebensmittelindustrie.
- 5 - Wasserbehandlung und Trinkwassergewinnung.
- Fermentation.
- Mineralverarbeitung und Staubkontrolle.
- 10 - Bauhilfsmittel.
- Emulsionspolymerisation und Herstellung von Dispersionen.
- 15 - Kühl- und Schmiermittel.

Solche Formulierungen enthalten üblicherweise Inhaltsstoffe wie Tenside, Gerüst-, Duft- und Farbstoffe, Komplexbildner, Polymere und andere Inhaltsstoffe. Typische Formulierungen sind beispielsweise in WO 01/32820 beschrieben. Weitere für unterschiedliche  
20 Anwendungen geeignete Inhaltsstoffe sind in EP-A-0 620 270, WO 95/27034, EP-A-0 681 865, EP-A-0 616 026, EP-A-0 616 028, DE-A-42 37 178 und US 5,340,495 beispielhaft beschrieben.

Allgemein können die erfindungsgemäßen Alkoxylate in allen Bereichen eingesetzt werden, in denen die Wirkung von grenzflächenaktiven Stoffen notwendig ist.

Die erfindungsgemäßen Strukturen weisen eine gegenüber bekannten Strukturen bessere Umwelt- und Hautverträglichkeit auf, so dass sie für eine Vielzahl von Anwendungsge-  
30 bieten vorteilhaft geeignet sind.

Die Erfindung wird durch die nachstehenden Beispiele näher erläutert.

Herstellung der Alkoxylate

35 Beispiel 1

2-Propylheptanol + 1,5 PO + 6 EO

790 g 2-Propylheptanol werden mit 8,5 g KOH, 45 % in Wasser, in einem Autoklaven vorgelegt und zusammen bei 80°C und reduziertem Druck (ca. 20 mbar) entwässert. Dann werden bei 120 bis 130°C 518 ml Propylenoxid zugegeben und bei dieser Temperatur unter erhöhtem Druck abreagieren lassen. Das Ende der Reaktion kann an der Druckänderung beobachtet werden. Anschließend werden 1470 ml Ethylenoxid bei 145 bis 155°C über längere Zeit bei erhöhtem Druck zudosiert und ebenfalls abreagieren lassen. Nach Spülen mit Inertgas und Abkühlen auf Raumtemperatur wird der Katalysator durch Zugabe von 3,8 ml Eisessig neutralisiert.

#### Beispiel 2

2-Propylheptanol + 1,5 PO + 8 EO

Umsetzung wie in Beispiel 1, die Alkoxylierung von 2-Propylheptanol erfolgte nach Zugabe von 45 %-iger KOH und anschließender Entwässerung bei ca. 80°C mit Propylenoxid und dann mit Ethylenoxid in den entsprechenden stöchiometrischen Verhältnissen unter Bedingungen wie in Beispiel 1 angegeben. Die Neutralisation wurde analog zu dem Beispiel 1 durchgeführt.

#### Beispiel 3

2-Propylheptanol + 1,5 PO + 10 EO

630 g 2-Propylheptanol werden mit 9,1 g KOH, 45 % in Wasser, in einem Autoklaven vorgelegt und zusammen bei 80°C und reduziertem Druck (ca. 20 mbar) entwässert. Dann werden bei 120 bis 130°C 414 ml Propylenoxid zugegeben und bei dieser Temperatur unter erhöhtem Druck abreagieren lassen. Das Ende der Reaktion kann an der Druckänderung beobachtet werden. Anschließend werden 1990 ml Ethylenoxid bei 145 bis 155°C über längere Zeit bei erhöhtem Druck zudosiert und ebenfalls abreagieren lassen. Nach Spülen mit Inertgas und Abkühlen auf Raumtemperatur wird der Katalysator durch Zugabe von 4,0 ml Eisessig neutralisiert.

#### Vergleichsbeispiel V1

2-Propylheptanol + 8 EO

Umsetzung wie in Beispiel 1; auf die Umsetzung mit PO bei tieferer Temperatur wurde verzichtet, und 2-Propylheptanol wurde direkt bei 145 - 155°C mit 8 mol EO umgesetzt; die Neutralisation wurde analog zu Beispiel 1 durchgeführt.

## 5 Vergleichsbeispiel V2

2-Propylheptanol + 8 EO + 1,5 PO

10 Umsetzung wie in Beispiel 1; aber 2-Propylheptanol wurde zuerst mit 8 mol EO bei 145 - 155°C umgesetzt und dann mit 1,5 mol PO bei 120 - 130°C umgesetzt; die Neutralisation wurde analog zu Beispiel 1 durchgeführt.

## Anwendungsbeispiele

15 Die erfindungsgemäßen Alkoxylate und die Vergleichsalkoxylate wurden zur Benetzung von Glas, Polyethylen und Stahl eingesetzt. Dabei wurde der Kontaktwinkel bei einer Konzentration von 0,2 g/l in Wasser bei einer Temperatur von 40°C gemessen. Die Ergebnisse sind in den nachstehenden Tabellen zusammengefasst.

## 20 Grenzflächenspannung

Die Grenzflächenspannung wurde bei einer Konzentration von 1 g/l bei 25°C in Hexadecan und Olivenöl gemessen. Die Messung erfolgte nach der Pendant-Drop-Methode. Die Ergebnisse sind ebenfalls in den nachfolgenden Tabellen zusammengestellt.

## Kontaktwinkel auf V2A Stahl, [Grad]

Zeit (sec)	2-PH + 1,5 PO + 8 EO	2-PH + 8 EO + 1,5 PO	2-PH + 8 EO	Demin. Wasser
0,1 sec	48	46	48	65
1 sec	43	45	48	65
10 sec	32	40	46	64

**Kontaktwinkel auf Polyethylen [Grad]**

Zeit (sec)	2-PH + 1,5 PO + 8 EO	2-PH + 8 EO + 1,5 PO	2-PH + 8 EO	Demin. Wasser
0,1 sec	57	58	65	96
1 sec	52	57	64	96
10 sec	40	54	64	95

**Kontaktwinkel auf Glas [Grad]**

Zeit (sec)	2-PH + 1,5 PO + 8 EO	2-PH + 8 EO + 1,5 PO	2-PH + 8 EO	Demin. Wasser
0,1 sec	37	39	38	41
1 sec	32	33	32	40
10 sec	20	24	25	39

**Netzung auf Baumwolle, EN 1/72,23, 0,1 g/l, 2 g/l Soda in dest. Wasser**

	2-PH + 1,5 PO + 8 EO	2-PH + 8 EO + 1,5 PO	2-PH + 8 EO
Zeit (sec)	10	17	15

**Restalkohol 2-PH, ermittelt Gaschromatographisch mit internem Standard**

	2-PH + 1,5 PO + 8 EO	2-PH + 8 EO + 1,5 PO	2-PH + 8 EO
g/100 g	0,8	1,9	4,3

**Grenzflächenspannung, Pendant Drop Methode, 1 g/l, 25°C, Werte nach 10 min.**

(mN/m)	2-PH + 1,5 PO + 8 EO	2-PH + 8 EO + 1,5 PO	2-PH + 8 EO
<b>Hexadekan</b>	7,7	13,9	13,2
<b>Olivenöl</b>	5,2	8,0	8,4

## 2. Beispiel

5

**Kontaktwinkel auf V2A Stahl, [Grad]**

Zeit (sec)	2-PH + 1,5 PO + 6 EO	2-PH + 6 EO + 1,5 PO	2-PH + 6 EO	Demin. Wasser
<b>0,1 sec</b>	42	46	48	65
<b>1 sec</b>	35	43	46	65
<b>10 sec</b>	23	37	42	64

**Kontaktwinkel auf Polyethylen [Grad]**

10

Zeit (sec)	2-PH + 1,5 PO + 6 EO	2-PH + 6 EO + 1,5 PO	2-PH + 6 EO	Demin. Wasser
<b>0,1 sec</b>	55	56	62	96
<b>1 sec</b>	48	54	61	96
<b>10 sec</b>	36	48	59	95

**Kontaktwinkel auf Glas [Grad]**

Zeit (sec)	2-PH + 1,5 PO + 6 EO	2-PH + 6 EO + 1,5 PO	2-PH + 6 EO	Demin. Wasser
<b>0,1 sec</b>	28	32	36	42
<b>1 sec</b>	21	24	31	41
<b>10 sec</b>	9	17	22	40

Netzung auf Baumwolle, EN 1772, 23°C, 1 g/l, 2 g/l Soda in dest. Wasser

	2-PH + 1,5 PO + 6 EO	2-PH + 6 EO + 1,5 PO	2-PH + 6 EO
g/100 g	1,4	13	10

5 Restalkohol 2-PH, ermittelt gaschromatographisch mit internem Standard

	2-PH + 1,5 PO + 6 EO	2-PH + 6 EO + 1,5 PO	2-PH + 6 EO
g/100 g	1,4	2,7	7,8

Granzflächenspannung, Pendant Drop Methode, 1 g/l, 25°C, Werte nach 10 min

(mN/m)	2-PH + 1,5 PO + 6 EO	2-PH + 6 EO + 1,5 PO	2-PH + 6 EO
Hexadekan	8,3	11,1	13,1
Olivenöl	6,7	7,5	9,0

10

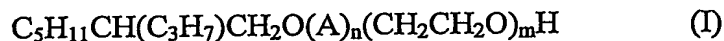
Je kleiner der Kontaktwinkel und je kürzer die Zeit für seine Einstellung, desto besser ist die Netzung. Je kleiner die Granzflächenspannung ist, desto größer sind die Granzflächenaktivität und das Emulgiervermögen.



BASF Aktiengesellschaft

26. April 2002  
B02/0092 IB/SF/bl/vo**Patentansprüche**

- 5  
1. Verwendung von Alkoxyaten der allgemeinen Formel (I)



10 mit der Bedeutung

A Propylenoxy, Butenoxo oder Pentenoxo,

n Zahl im Bereich von 1 bis 8,

m Zahl im Bereich von 2 bis 20,

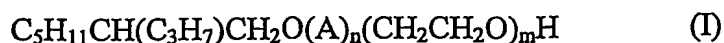
15 als Emulgator, Schaumregulierer und als Netzmittel für harte Oberflächen.

2. Verwendung nach Anspruch 1 in Tensidformulierungen zur Reinigung harter Oberflächen im Feuchthaltemitteln, kosmetischen, pharmazeutischen und Pflanzenschutzformulierungen, Lacken, Beschichtungsmitteln, Klebstoffen, Lederfettungsmitteln, Formulierungen für die Metallverarbeitung, Lebensmittelindustrie, Wasserbehandlung, Papierindustrie, Fermentation, Mineralverarbeitung und in Emulsionspolymerisationen.

3. Verwendung nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass in der allgemeinen Formel (I) n eine Zahl im Bereich von 1 bis 6 und m eine Zahl im Bereich von 3 bis 14 ist.

4. Verwendung nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass in der allgemeinen Formel (I) der Rest  $\text{C}_5\text{H}_{11}$  die Bedeutung  $n\text{-C}_5\text{H}_{11}$ ,  $\text{C}_2\text{H}_5\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2$  oder  $\text{CH}_3\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2\text{CH}_2$  hat oder Gemische von zweien oder mehreren dieser Verbindungen vorliegen.

5. Alkoxyat der allgemeinen Formel (I)



mit der Bedeutung

- A      Propylenoxy, Butenoxo oder Pentenoxo,  
n      Zahl im Bereich von 1,2 bis 1,8, wenn A Butenoxo bedeutet, von 1 bis 1,8,  
m      Zahl im Bereich von 3 bis 14.

6. Alkoxylat nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass in der allgemeinen Formel (I) n eine Zahl im Bereich von 1,3 bis 1,7 und m eine Zahl im Bereich von 3 bis 12 bedeuten.
7. Alkoxylat nach Anspruch 5 und 6, dadurch gekennzeichnet, dass in der allgemeinen Formel (I) der Rest  $C_5H_{11}$  die Bedeutung  $n-C_5H_{11}$ ,  $C_2H_5CH(CH_3)CH_2$  oder  $CH_3CH(CH_3)CH_2CH_2$  hat oder Gemische von zweien oder mehreren dieser Verbindungen vorliegen.
8. Verfahren zur Herstellung von Alkoxylaten gemäß einem der Ansprüche 5 bis 7 durch Umsetzung von Alkoholen der allgemeinen Formel  $C_5H_{11}CH(C_3H_7)CH_2OH$  zuerst mit Propylenoxid und sodann mit Ethylenoxid unter Alkoxylierungsbedingungen.
9. Verfahren nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, dass die Alkohole der allgemeinen Formel  $C_5H_{11}CH(C_3H_7)CH_2OH$  durch alkalische Dimerisierung von Valeraldehyd zu einem  $\alpha$ ,  $\beta$ -ungesättigten Aldehyd und nachfolgende Hydrierung erhalten werden.
10. Reinigungs-, Netz-, Beschichtungs-, Klebe-, Lederfettungs-, Feuchthalte- oder Textilbehandlungsmittel oder kosmetische, pharmazeutische oder Pflanzenschutzformulierung, enthaltend mindestens ein Alkoxylat der allgemeinen Formel (I), wie es in einem der Ansprüche 1 bis 7 definiert ist.

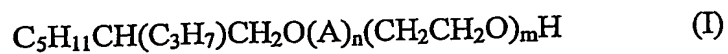
BASF Aktiengesellschaft

26. April 2002  
B02/0092 IB/SF/bl/vo

### Zusammenfassung

5

Alkoxylate der allgemeinen Formel (I)



10

mit der Bedeutung

15

A	Propylenoxy, Butenoxo oder Pentenoxo,
n	Zahl im Bereich von 1 bis 8,
m	Zahl im Bereich von 2 bis 20,

werden als Emulgator, Schaumregulierer und als Netzmittel für harte Oberflächen eingesetzt.

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**